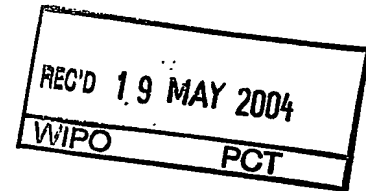


BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 103 15 214.8

Anmeldetag: 03. April 2003

Anmelder/Inhaber: BASF Aktiengesellschaft,
67056 Ludwigshafen/DE

Bezeichnung: Verfahren zur Reinigung von Dimethylacetamid
(DMAC)

IPC: C 07 C, B 01 D

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 01. April 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Kehle

BASF Aktiengesellschaft

3. April 2003
B03/0170 IB/HKE/arw

5

Verfahren zur Reinigung von Dimethylacetamid (DMAC)

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Reinigung von Roh-Dimethylacetamid, im Folgenden abgekürzt als DMAC bezeichnet.

DMAC wird überwiegend als Lösungsmittel eingesetzt, beispielsweise als Lösungsmittel zum Lösungsspinnen von elastischen Polyurethan-Blockcopolymeren, die unter dem Markennamen Spandex® oder Lycra® bekannt sind.

15

Um beim Lösungsspinnen qualitativ hochwertige Fasern erhalten zu können, werden an das hierbei eingesetzte DMAC die nachfolgend aufgeführten Spezifikationsanforderungen gestellt: Wassergehalt < 100 ppm, pH-Wert zwischen 6,5 und 7 und elektrische Leitfähigkeit < 0,6 µS.

20

Ein DMAC, das diese Spezifikationsanforderungen erfüllt, wird im Folgenden als Rein-DMAC bezeichnet.

25

Demgegenüber wird als Roh-DMAC ein Gemisch, enthaltend DMAC, bezeichnet, das die oben definierten Spezifikationsanforderungen nicht erfüllt.

Bekannte Anlagen zur destillativen Reinigung von DMAC werden unter Vakuum betrieben, um Zersetzungsreaktionen des DMAC wirksam zu unterdrücken und dadurch die Einhaltung der Spezifikationsanforderungen zu gewährleisten.

30

Es wurde jedoch gefunden, dass in Destillationsanlagen, die wie bislang üblich unter Vakuum betrieben wurden, die Spezifikationsanforderungen häufig nicht erfüllt werden können.

- 2 -

Es war daher Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur destillativen Reinigung von DMAC zur Verfügung zu stellen, das die Einhaltung der geforderten Spezifikationen insbesondere für das Lösungsspinnen zur Herstellung von elastischen Polyurethan-Blockcopolymerfasern gewährleistet.

5

Die Lösung geht aus von einem Verfahren zur destillativen Reinigung von Roh-Dimethylacetamid (Roh-DMAC), enthaltend DMAC, Leichtsieder und Schwersieder, wobei man die Leichtsieder und die Schwersieder unter Erhalt von Rein-DMAC in eine der nachfolgend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen:

10

- (I) zwei oder mehrere hintereinander geschaltete Kolonnen,
- (II) eine Hauptkolonne mit Seitenabzugskolonne oder
- (III) eine Trennwandkolonne

15 abtrennt.

Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass man in der Kolonnenkonfiguration (I) zumindest die erste Kolonne, in der Kolonnenkonfiguration (II) zumindest die Hauptkolonne, und in der Kolonnenkonfiguration (III) die Trennwandkolonne mit einem

20 Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut betreibt.

Es wurde überraschend gefunden, dass durch eine Betriebsweise bei Normaldruck oder bei einem Druck, der geringfügig oberhalb oder unterhalb des Normaldrucks liegt, der Reinheitsgrad des durch Destillation gewonnen DMAC wesentlich besser ist als bei bekannten Verfahren, die unter Vakuum und somit bei wesentlich niedrigeren Temperaturen betrieben werden. Es ist allgemein bekannt, dass sich die Reaktionsgeschwindigkeit chemischer Reaktionen in der Regel mit steigender Temperatur erhöht, häufig bei einem Temperaturanstieg um 10°C etwa verdoppelt.

30 Demgegenüber haben die Erfinder überraschend gefunden, dass gerade eine Druck- und somit eine Temperaturerhöhung für die Erzielung eines Reinproduktes mit einem niedrigeren Anteil an Verunreinigungen erforderlich ist.

DMAC hat einen Siedepunkt bei Normaldruck von 166°C.

35

Als Leichtsieder werden vorliegend Substanzen bezeichnet, deren Siedepunkt unterhalb des Siedepunktes von DMAC liegt und als Schwersieder Substanzen, deren Siedepunkt oberhalb des Siedepunktes von DMAC liegt.

- 5 Als Kolonne in Abtriebsfahrweise wird eine Kolonne bezeichnet, die nur unterhalb der Zuführung des in der Kolonne aufzutrennenden Gemisches trennwirksame Einbauten aufweist. Demgegenüber weist eine Kolonne in Verstärkungsfahrweise nur oberhalb der Zuführung des in der Kolonne aufzutrennenden Gemisches trennwirksame Einbauten auf.
- 10 Als Trennwandkolonne wird in bekannter Weise eine Kolonne mit in Kolonnenlängsrichtung angeordneter Trennwand bezeichnet, die in Teilbereichen der Kolonne eine Vermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen verhindert. Die Trennwand teilt den Kolonneninnenraum in bekannter Weise in einen Zuführbereich, einen Entnahmebereich, einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich sowie einen unteren
- 15 gemeinsamen Kolonnenbereich.

Bei der vorliegenden Trennaufgabe müssen aus seinem Ausgangsgemisch Leichtsieder und Schwersieder abgetrennt werden und das Wertprodukt, Rein-DMAC, als Mittelsieder gewonnen werden.

20

Diese Trennaufgabe kann insbesondere mit einer der nachfolgend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen:

- (I) zwei oder mehrere hintereinander geschaltete Kolonnen,
- (II) eine Hauptkolonne mit Seitenabzugskolonne oder
- (III) eine Trennwandkolonne

gelöst werden.

- 30 Erfindungsgemäß muss in jeder der vorstehend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen zumindest die Kolonne, in der der Leichtsieder Wasser noch nicht weitgehend abgetrennt ist, bei einem Druck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut, d.h. bei Normaldruck oder bei gegenüber Normaldruck geringfügig erniedrigtem oder erhöhtem Druck betrieben werden.
- 35 Bevorzugt liegt der Kopfdruck in den oben genannten Kolonnen im Bereich von 0,8 bis 1,5 bar absolut, besonders bevorzugt im Bereich von 1,0 bis 1,3 bar absolut.

Es ist auch möglich, dass man auch die zweite Kolonne oder die weiteren Kolonnen in der Kolonnenkonfiguration (I) oder die Seitenabzugskolonne in der Kolonnenkonfiguration (II) mit einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut, bevorzugt von 0,8 bis 1,5 bar absolut, besonders bevorzugt von 1,0 bis 1,3 bar absolut, betreibt.

5

In einer bevorzugten Ausführungsvariante wird in der Kolonnenkonfiguration (I) der ersten Kolonne das zu reinigende Roh-DMAC im mittleren Bereich derselben zugeführt, ein Leichtsieder enthaltender Strom am Kopf der ersten Kolonne oder in der Nähe des Kopfes der ersten Kolonne abgezogen, ein flüssiger Strom aus dem Sumpf, aus der Nähe des Sumpfes oder über einen Seitenabzug aus der ersten Kolonne abgezogen und der zweiten Kolonne im mittleren Bereich derselben zugeführt, und Auftrennung in einen Schwersieder enthaltenden Strom über den Sumpfabzug der zweiten Kolonne und einen Rein-DMAC-Strom, der als Kopfstrom, in der Nähe des Kopfes oder als Seitenabzug aus der zweiten Kolonne abgezogen wird.

15

Leichtsieder sind im vorliegenden Verfahren insbesondere Wasser, daneben Dimethylamin und Diethylamin.

20

Schwersieder ist insbesondere Essigsäure, daneben Diethanolamin. Im Sumpfstrom der zweiten Kolonne sind auch sogenannte Heavyends enthalten, d.h. hochmolekulare Zersetzungsprodukte in Form von hochviskosen Flüssigkeiten oder Feststoffen.

Der Roh-DMAC-Strom kann der ersten Kolonne sowohl gasförmig als auch flüssig zugeführt werden, wobei die Zuführung in flüssigem Aggregatzustand aus energetischen Gründen vorteilhaft ist.

In allen Kolonnenkonfigurationen können als trennwirksame Einbauten grundsätzlich alle bekannten Einbauten, insbesondere Böden, Füllkörper oder Packungen eingesetzt werden.

30

Als Einbauten eignen sich übliche Einbauten wie handelsübliche Böden, Füllkörper oder Packungen, beispielsweise Glockenböden, Tunnelböden, Ventilböden, Siebböden, Dualflowböden und Gitterböden, Pall-Ringe®, Berl®-Sattelkörper, Netzdrahtringe, Raschig-Ringe®, Intalox®-Sättel, Interpak®-Füllkörper und Intos®, aber auch geordnete Packungen, wie beispielsweise Sulzer-Mellapak®, Sulzer-Optiflow®, Kühni-Rombopak® und Montz-Pak® sowie Gewebepackungen. Bevorzugt sind Hochleistungspackungen.

35

Bevorzugt werden unterhalb der Zuführung des zu reinigenden Roh-DMAC-Stromes trennwirksame Einbauten mit hohen Verweilzeiten, insbesondere Böden, eingesetzt, d.h. in der Kolonnenkonfiguration (I) im Abtriebsteil der ersten Kolonne, in der Kolonnenkonfiguration (II) im Abtriebsteil der Hauptkolonne und in der Kolonnenkonfiguration (III) im Abtriebsteil der Trennwandkolonne. Durch die Einbauten mit höheren Verweilzeiten wird eine verstärkte Rückspaltung des Essigsäure-Diethylamin-Adduktes gewährleistet.

Der Durchmesser der Kolonnen richtet sich nach den jeweils angestrebten Durchsätzen und kann nach den gängigen Regeln der Technik vom Fachmann leicht ermittelt werden.

Die Auslegung der Kolonnen bezüglich Höhe und Positionierung von Zu- und Abläufen kann nach dem bekannten Konzept der theoretischen Trennstufen in Verbindung mit den gewählten Einbauten ermittelt werden.

Als eine theoretische Trennstufe wird in bekannter Weise diejenige Kolonneneinheit verstanden, welche ein Anreichern der leichter flüchtigen Komponente entsprechend dem thermodynamischen Gleichgewicht bewirkt, vorausgesetzt, dass ideale Durchmischung vorliegt, flüssige und gasförmige Phase im Gleichgewicht stehen und kein Mitreißen von Flüssigkeitstropfen erfolgt (vgl. Vauck, Müller: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, VCH-Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1988).

Die Zahl der theoretischen Trennstufen für den Bereich oberhalb der Zuführung des zu reinigenden Roh-DMAC-Stromes, d.h. für den oberen Bereich der ersten Kolonne in der Kolonnenkonfiguration (I), für den oberen Bereich der Hauptkolonne in der Kolonnenkonfiguration (II) oder für den Bereich oberhalb der Zuführung des Roh-DMAC-Stromes in der Trennwandkolonne wird nach üblichen verfahrenstechnischen Überlegungen in Abhängigkeit vom Leichtsiederanteil im Roh-DMAC und dem zulässigen Verlust an DMAC über Kopf der ersten Kolonne festgelegt.

Die Zahl der theoretischen Trennstufen im Abtriebsteil der ersten Kolonne in der Kolonnenkonfiguration (I), der Hauptkolonne in der Kolonnenkonfiguration (II) oder der Trennwandkolonne in der Kolonnenkonfiguration (III) wird vorzugsweise im Bereich von 5 bis 30, insbesondere im Bereich von 10 bis 25, besonders bevorzugt im Bereich von 12 bis 18 festgelegt.

- 6 -

Die Zahl der theoretischen Trennstufen in der zweiten Kolonne in der Kolonnenkonfiguration (I) liegt bevorzugt im Bereich von 5 bis 30, insbesondere im Bereich von 10 bis 25, besonders bevorzugt im Bereich von 12 bis 18.

- 5 Bevorzugt sind die hintereinander geschalteten Kolonnen in der Kolonnenkonfiguration (I), die Hauptkolonne oder die Trennwandkolonne jeweils mit einem Sumpfverdampfer und einem Kondensator am Kolonnenkopf ausgestattet.

10 Vorteilhaft stellt man die Temperatur am Kopf der ersten Kolonne im Bereich von 70 bis 130°C, bevorzugt im Bereich von 85 bis 115°C, besonders bevorzugt im Bereich von 95 bis 105°C, und die Temperatur am Kopf der zweiten Kolonne im Bereich von 130 bis 190°C, bevorzugt im Bereich von 145 bis 175°C, besonders bevorzugt im Bereich von 155 bis 175°C, die Temperaturen im Sumpf der ersten Kolonne und der zweiten Kolonne jeweils im Bereich von 150 bis 200°C, bevorzugt im Bereich von 160 bis 190°C,
15 besonders bevorzugt im Bereich von 170 bis 180°C, ein.

Die destillative Reinigung von Roh-DMAC führt man vorteilhaft in einer Kolonnenkonfiguration (II) durch, deren Hauptkolonne einen gasförmigen Seitenabzug aufweist und deren Seitenabzugskolonne in Verstärkungsfahrweise betrieben wird.

20

Bevorzugt weist die Hauptkolonne oberhalb des gasförmigen Seitenabzugs einen geringeren Durchmesser gegenüber dem Bereich der Hauptkolonne unterhalb des gasförmigen Seitenabzugs auf.

Weiter kann die destillative Reinigung in einer Kolonnenkonfiguration (II) durchgeführt werden, in der die Hauptkolonne einen flüssigen Seitenabzug aufweist und die Seitenabzugskolonne in Abtriebsfahrweise betrieben wird.

Vorteilhaft wird die destillative Reinigung kontinuierlich betrieben.

30

Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird somit in überraschend einfacher Weise ein Rein-DMAC gewonnen, das die geforderten Spezifikationen bezüglich Wassergehalt, pH-Wert und elektrischer Leitfähigkeit erfüllt, durch Destillation bei Normaldruck oder bei gegenüber Normaldruck geringfügig erniedrigtem oder erhöhtem Druck. Die Betriebsweise bei oder nahezu bei Normaldruck ist gegenüber einer Betriebsweise unter Vaku-
35 um, wie sie im Stand der Technik für die Reinigung von DMAC bislang erforderlich schien, wesentlich wirtschaftlicher, insbesondere bezüglich Investitions- und

- 7 -

Betriebskosten. Darüber hinaus erhöht sich mit dem Anstieg des Betriebsdrucks die Kapazität der Apparate, da sich bei gleich bleibendem Gasmengenstrom die Gasgeschwindigkeit aufgrund der höheren Gasdichte verringert.

- 5 Die Erfindung wird im Folgenden anhand einer Zeichnung und eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Es zeigen im Einzelnen:

- 10 Figur 1 ein Verfahrensschema für eine Kolonnenkonfiguration (I) und

- Figur 2 ein Verfahrensschema für eine Kolonnenkonfiguration (II).

15 In der in Figur 1 dargestellten Kolonnenkonfiguration (I) wird ein Roh-DMAC-Strom 1 einer ersten Destillationskolonne K1 im mittleren Bereich derselben zugeführt. Aus der Kolonne K1 wird ein Leichtsieder enthaltender Strom 3 über Kopf abgezogen, in einem Kondensator am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne aufgegeben und im Übrigen ausgeschleust. Aus dem Kolonne K1 wird ein Sumpfstrom 2, enthaltend DMAC, die Schwersieder und Spuren von Leichtsiedern, abgezogen und der
20 zweiten Kolonne K2 im mittleren Bereich derselben zugeführt. Aus der Kolonne K2 wird ein Kopfstrom 5 abgezogen, enthaltend DMAC und Spuren an Leichtsiedern. Aus dem Sumpf der Kolonne K2 wird ein Schwersieder enthaltender Strom 4 abgezogen. Über den Seitenabzug 6 der Kolonne K2 wird Rein-DMAC gewonnen. Diese Fahrweise stellt lediglich ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel dar; es ist jedoch auch möglich, die zweite Kolonne K2 so auszulegen, dass Rein-DMAC über Kopf oder in der Nähe des Kopfes der Kolonne K2 abgezogen wird.

Figur 2 zeigt ein weiteres bevorzugtes Ausführungsbeispiel des erfindungsgemäßen Verfahrens, wobei eine Kolonnenkonfiguration (II) mit Hauptkolonne und
30 Seitenabzugskolonne SK gewählt wird.

Die Hauptkolonne HK wird im mittleren Bereich derselben ein Roh-DMAC-Strom 1 zugeführt. Am Kolonnenkopf wird ein Leichtsieder enthaltender Strom 3 abgezogen und aus dem Kolonnensumpf ein Schwersieder enthaltender Strom 4. Über einen Seitenabzug
35 wird ein gasförmiger Strom abgezogen, der noch spezifikationschädliche schwersiedende Verunreinigungen, insbesondere Essigsäure, enthält, und der in der Seitenabzugskolonne

SK, die in Verstärkungsfahrweise betrieben wird, gereinigt wird unter Erhalt eines Rein-DMAC-Stromes 6 am Kolonnenkopf.

5 Ausführungsbeispiel

In einer Kolonnenkonfiguration (II) entsprechend der schematischen Darstellung in Figur 2 wurde ein flüssiger Roh-DMAC-Strom 1 mit folgenden Komponenten:

DMAC 99,2 Gew.-%, Dimethylamin 6 ppm, DMF 0,2 Gew.-%, Wasser 0,3 Gew.-%,
10 Essigsäure 100 ppm, Ameisensäure 350 ppm, Phosphorsäure 50 ppm und Heavyends 0,2 Gew.-% bei einer Temperatur von 20°C auf die 30igste theoretische Trennstufe einer Hauptkolonne mit 57 theoretischen Trennstufen zugeführt.

Von der 9. theoretischen Trennstufe wurde ein gasförmiger Seitenstrom bei einer
15 Temperatur von 171,9°C, mit folgender Zusammensetzung abgezogen:

DMAC 99,9 Gew.-%, DMF 720 ppm und Essigsäure 280 ppm.

Die spezifikations-schädliche Konzentration an Essigsäure von 280 ppm konnte in der
20 Seitenabzugskolonne auf spezifikations-unschädliche 20 ppm im Kopfstrom 6, der als Rein-DMAC-Strom abgezogen wird, reduziert werden. Die Hauptkolonne HK und die Seitenkolonne SK wurden bei Normaldruck betrieben.

BASF Aktiengesellschaft

3. April 2003
B03/0170 IB/HKE/arw**Patentansprüche**

5

1. Verfahren zur destillativen Reinigung von Roh-Dimethylacetamid (Roh-DMAC), enthaltend DMAC, Leichtsieder und Schwersieder, wobei man die Leichtsieder und die Schwersieder unter Erhalt von Rein-DMAC in einer der nachfolgend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen:

10

- (I) zwei oder mehrere hintereinander geschaltete Kolonnen (K1, K2),
- (II) eine Hauptkolonne (HK) mit Seitenabzugskolonne (SK) oder
- (III) eine Trennwandkolonne (TWK)

15

abtrennt, dadurch gekennzeichnet, dass man in der Kolonnenkonfiguration (I) zumindest die erste Kolonne (K1) in der Kolonnenkonfiguration (II) zumindest die Hauptkolonne (HK), und in der Kolonnenkonfiguration (III) die Trennwandkolonne (TWK) mit einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut betreibt.

20

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man in der Kolonnenkonfiguration (I) zumindest die erste Kolonne (K1) in der Kolonnenkonfiguration (II) zumindest die Hauptkolonne (HK) und in der Kolonnenkonfiguration (III) die Trennwandkolonne (TWK) bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,8 bis 1,5, bevorzugt im Bereich von 1,0 bis 1,3 bar absolut betreibt.

25

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man die zweite Kolonne (K2) oder die weiteren Kolonnen in der Kolonnenkonfiguration (I) oder die Seitenabzugskolonne (SK) in der Kolonnenkonfiguration (II) mit einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut, bevorzugt von 0,8 bis 1,5 bar absolut, besonders bevorzugt von 1,0 bis 1,3 bar absolut, betreibt.

30

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man in der Kolonnenkonfiguration (I) der ersten Kolonne (K1) das Roh-DMAC (1) im mittleren Bereich derselben zuführt, am Kolonnenkopf oder in der Nähe des Kolonnenkopfes einen Leichtsieder enthaltenden Strom (3) und über einen Abzug im Bereich des Kolonnensumpfes oder über einen Seitenabzug einen flüssigen Strom (2) abzieht, den man der zweiten Kolonne (K2) im mittleren Bereich derselben zuführt,

35

- 2 -

wobei man in der zweiten Kolonne (K2) die Schwertsieder über einen Sumpfabzug (4) abtrennt und das Rein-DMAC (6) über einen Abzug am Kolonnenkopf, im Bereich des Kolonnenkopfes oder als Seitenabzug gewinnt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man das Roh-DMAC (1) als flüssigen Strom der ersten Kolonne (K1) zuführt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass man im Abtriebsteil der ersten Kolonne (K1) trennwirksame Einbauten mit hohen Verweilzeiten, bevorzugt Böden, einbaut.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man im Abtriebsteil der ersten Kolonne (K1), der Hauptkolonne (HK) oder der Trennwandkolonne (TWK) 5 bis 30, bevorzugt 10 bis 25, besonders bevorzugt 12 bis 18 theoretische Trennstufen vorsieht.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man in der zweiten Kolonne (K2) 5 bis 30, bevorzugt von 10 bis 25, besonders bevorzugt von 12 bis 18 theoretische Trennstufen vorsieht.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass man die hintereinander geschalteten Kolonnen (K1, K2), die Hauptkolonne (HK) oder die Trennwandkolonne (TWK) jeweils mit einem Sumpfverdampfer und einem Kondensator am Kolonnenkopf ausstattet.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass man die Temperatur am Kopf der ersten Kolonne (K1) im Bereich von 70 bis 130°C, bevorzugt im Bereich von 85 bis 115°C, besonders bevorzugt im Bereich von 95 bis 105°C und die Temperatur am Kopf der zweiten Kolonne (K2) im Bereich von 130 bis 190°C, bevorzugt im Bereich von 145 bis 175°C, besonders bevorzugt im Bereich von 155 bis 175°C, die Temperaturen im Sumpf der ersten Kolonne (K1) und der zweiten Kolonne (K2) jeweils im Bereich von 150 bis 200°C, bevorzugt im Bereich von 160 bis 190°C, besonders bevorzugt im Bereich von 170 bis 180°C, einstellt.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass man die destillative Reinigung von Roh-DMAC in einer Kolonnenkonfiguration (II)

- 3 -

durchführt, deren Hauptkolonne (HK) einen gasförmigen Seitenabzug und deren Seitenabzugskolonne (SK) in Verstärkungsfahrweise betrieben wird.

5 12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Hauptkolonne (HK) oberhalb des gasförmigen Seitenabzugs einen geringeren Durchmesser gegenüber dem Bereich der Hauptkolonne (HK) unterhalb des gasförmigen Seitenabzugs aufweist.

10 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, wobei die destillative Reinigung in einer Kolonnenkonfiguration (II) durchgeführt wird, in der die Hauptkolonne (HK) einen flüssigen Seitenabzug aufweist und die Seitenabzugskolonne (SK) in Abtriebsfahrweise betrieben wird.

15 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass man es kontinuierlich betreibt.

FIG.1

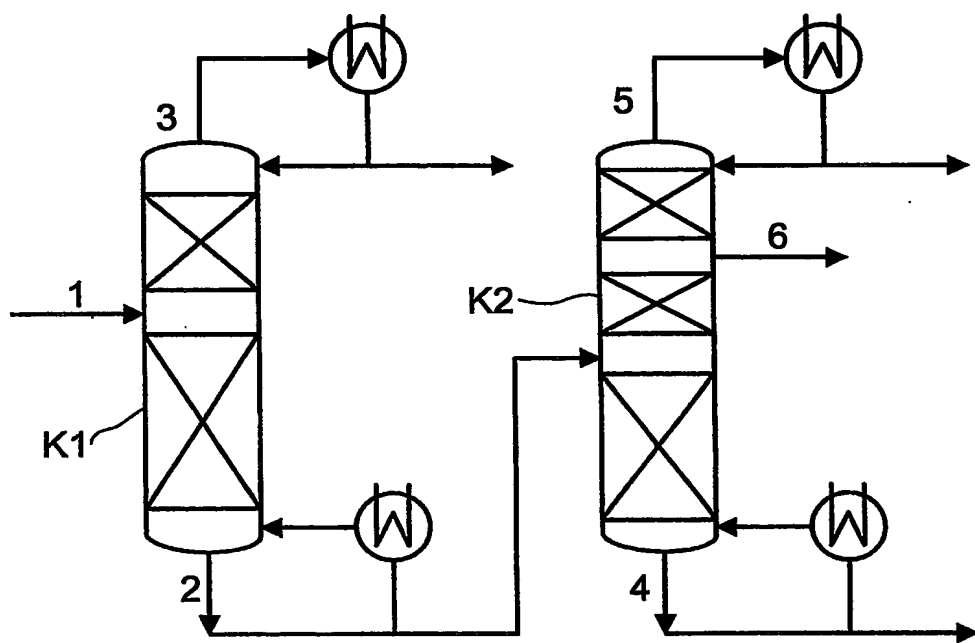
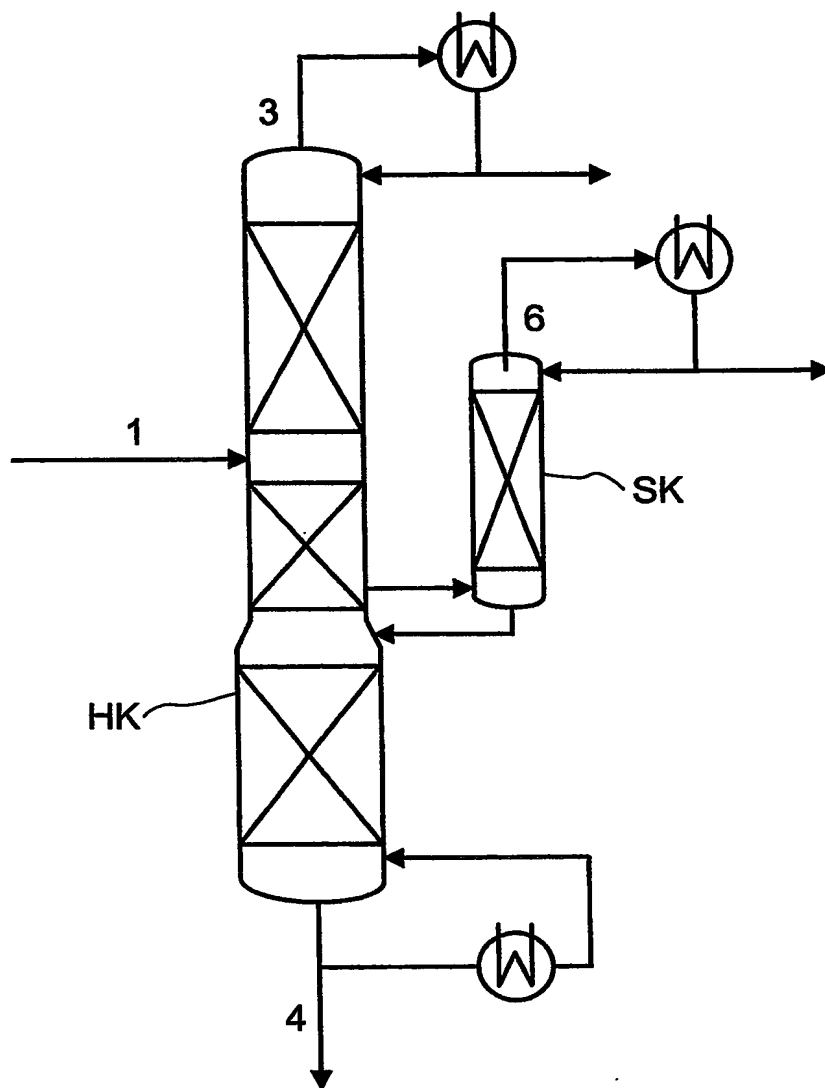


FIG.2



BASF Aktiengesellschaft

3. April 2003
B03/0170 IB/HKE/arw

5

Zusammenfassung

10 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Reinigung von Roh-Dimethylacetamid (Roh-DMAC), enthaltend DMAC, Leichtsieder und Schwersieder, wobei man die Leichtsieder und die Schwersieder unter Erhalt von Rein-DMAC in eine der nachfolgend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen:

- (I) zwei oder mehrere hintereinander geschaltete Kolonnen (K1, K2),
- 15 (II) eine Hauptkolonne (HK) mit Seitenabzugskolonne (SK) oder
- (III) eine Trennwandkolonne (TWK)

20 abtrennt, dadurch gekennzeichnet, dass man in der Kolonnenkonfiguration (I) zumindest die erste Kolonne (K1) in der Kolonnenkonfiguration (II) zumindest die Hauptkolonne (HK), und in der Kolonnenkonfiguration (III) die Trennwandkolonne (TWK) mit einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut betreibt.

25

(Figur 1)

FIG.1

